SNI 07-0958-1989

Standar Nasional Indonesia

Cara uji kimia kuningan perunggu

ICS 77.120.30

Badan Standardisasi Nasional

STANDAR NASIONAL INDONESIA

SNI 07 - 0958 - 1989

CARA UJI

KIMIA KUNINGAN/PERUNGGU

DEWAN STANDARDISASI NASIONAL - DSN

UDC.669.35'6

CARA UJI

KIMIA KUNINGAN/PERUNGGU

SII. 1196 - 84

REPUBLIK INDONESIA

DEPARTEMEN PERINDUSTRIAN

DAFTAR ISI

Halaman.

CARA UJI KIMIA KUNINGAN DAN PERUNGGU

1. RUANG LINGKUP

Standar ini meliputi cara penyiapan contoh uji dan cara uji kimia kuningan dan perunggu yang terdiri dari unsur-unsur : tembaga, seng, timbal, timah, silikon, aluminium, nikel, besi, manggan, fosfor, arsen, antimon dan belerang.

2. CARA PENYIAPAN CONTOH UJI

Jumlah pengambilan dan penyiapan contoh uji dilakukan sesuai dengan ketentuan yang berlaku.

3. CARA UJI

3.1. Kadar Tembaga dan Timbal dengan Metoda Elektrolisa.

3.1.1. Prinsip.

Tembaga dan timbal diendapkan sebagai garam sulfida. Endapan dilarutkan dalam asam kemudian di elektrolisa. Tembaga mengendap pada katoda dan timbal (II) oksida mengendap pada anoda secara bersama.

3.1.2. Bahan.

- Asam nitrat, HNO_3 : HNO_3 pekat, HNO_3 (1 : 1), HNO_3 (1 : 99)
- Asam sulfat, H_2SO_4 pekat
- Larutan natrium sulfida, Na_2S (250 g per l).
- Larutan natrium sulfida, Na_2S (20 g per l).
- Larutan natrium hidroksida, NaOH (250 g per l).
- Asam klorida, HCl (0,1 N).
- Alkohol, C_2H_5OH.
- Larutan asam timbal :

  Tambahkan 150 ml. H_2SO_4 kedalam 900 ml. air. Larutkan 0,5 g timbal asetat dalam 150 ml. air dan tambahkan kedalam larutan H_2SO_4 panas tersebut diatas sambil diaduk.
  Diamkan larutan minimum 24 jam dan dekanter lewat saringan asbes tipis.
- Larutan timbal nitrat, $Pb(NO_3)_2$ (10 g per l).
- Bubur kertas saring :

  Sejumlah potongan kertas saring ditambah air dan HNO_3 encer secukupnya, kemudian dipanaskan sampai menjadi bubur.
- Kertas saring bebas abu.

3.1.3. Peralatan.

- Alat elektrolisa dengan elektroda platina.
- Timbangan analitis.

— Gelas arloji.

— Gelas piala : 250 ml, 400 ml.

— Pipet ukur : 10 ml, 25 ml, 50 ml.

— Labu ukur : 1 liter.

— Penangas air

— C o r o n g

— Cawan Gooch

— Pengering (Oven)

— Bunsen

— Eksikator.

3.1.4. Prosedur

Prosedur untuk paduan mengandung timah 1,5 % dan lebih, timbal dibawah 6 % dan silikon dibawah 0,5 %.

a. — Timbang teliti 2 g contoh, masukkan ke dalam gelas piala 250 ml.

— Tambahkan 25 ml. HNO_3 (1 : 1) dan tutup.

— Didihkan pelan-pelan pada penangas air sampai uap coklat hilang.

— Tambahkan 50 ml. air panas, dan diamkan pada penangas air selama 1 jam.

— Tambahkan bubur kertas saring dan saring dengan kertas saring bebas abu.

— Cuci dengan HNO_3 (1 : 99) panas beberapa kali. Filtrat dan larutan bekas pencuci ditampung. . . . (I).

b. — Pindahkan kertas saring dan isinya pada gelas piala semula.

— Tambahkan 15 ml. H_2SO_4 dan 25 ml. HNO_3, panaskan sampai semua unsur organik terurai.

— Pindahkan larutan tersebut pada gelas piala 400 ml. dan encerkan sampai 250 ml.

— Tambahkan larutan NaOH (250 g per l) sehingga larutan alkalis.

— Tambahkan 20 ml. larutan Na_2S (250 g per l), aduk dan panaskan pada penangas air sampai larutan jernih.

— Dinginkan pada suhu kamar, saring dengan kertas saring bebas abu dan cuci endapan dengan larutan Na_2S (20 g per l).

— Larutkan endapan dalam beberapa ml HNO_3 (1 : 1) dan tambahkan ke (I).

c. — Tambahkan 1 tetes HCl 0,1 N kedalam larutan dan encerkan menjadi 150 ml.

— Elektrolisa larutan yang terjadi dengan menggunakan elektroda yang sudah diketahui beratnya pada rapat arus 0,5 Amp/dm^2 atau 4 Amp/dm^2 sampai larutan tidak berwarna, kemudian cuci penutup dan dinding gelas piala.

— Tanpa pemutusan arus, angkat katoda dari larutan dan cuci dengan air kemudian dalam 2 buah gelas piala berisi alkohol secara berturut-turut.

— Keringkan dalam pengering pada 110 °C sampai berat tetap.

— Dinginkan dan timbang endapan sebagai logam tembaga.

— Lepaskan anodanya, cuci dengan air dan keringkan pada 110 — 120 °C sampai berat tetap.

Hati-hati memindahkan anoda, karena endapannya rapuh.

— Dinginkan anoda dan timbang endapan sebagai PbO_2.

— Simpan larutan bebas elektrolisa untuk penentuan seng, aluminium dan nikel (= V).

3.1.5. Perhitungan :

$$\text{Kadar Tembaga (Cu)} = \frac{A}{B} \times 100\ \%$$

$$\text{Kadar Timbal (Pb)} = \frac{(C \times 0{,}866)}{B} \times 100\ \%$$

Dimana :

A = berat tembaga yang diperoleh, gram.
B = berat contoh yang digunakan, gram.
C = berat PbO_2 yang diperoleh, gram.

— Jika mangan ada dalam paduan, sesudah anoda diangkat dari larutan, masukkan gelas piala 250 — 400 ml.

— Larutkan endapannya dengan HNO_3 (1 : 1) yang mengandung beberapa tetes alkohol dan pindahkan anoda dari gelas piala.

— Tambahkan 35 ml. larutan asam timbal dan uapkan sampai terjadi uap putih.

— Dinginkan dan tambahkan 30 ml. air.

— Panaskan sampai mendidih dan diamkan selama 1 — 2 jam.

— Saring larutan melalui corong Gooch berasbes dan cuci endapan dengan larutan asam timbal dingin.

— Panaskan endapan $PbSO_4$ mula-mula dengan api kecil kemudian pada 500 — 600 °C sampai berat tetap.

3.1.6. Perhitungan :

$$\text{Kadar timbal (Pb)} = \frac{(A \times 0{,}6833)}{B} \times 100\ \%$$

Dimana :

A = berat $PbSO_4$ yang diperoleh, gram.
B = berat contoh yag digunakan, gram.

3.2. Kadar Timbal dengan Metoda Elektrolisa.

3.2.1. Prinsip.

Timbal dilarutkan dengan asam kemudian dielektrolisa. Timbal (II) oksida akan mengendap pada anoda.

3.2.2. Bahan

- Asam nitrat, HNO_3 (1 : 1).
- Asam fluorida, HF pekat.

3.2.3. Peralatan

- Alat elektrolisa dengan elektroda platina.
- Timbangan analitis.
- Gelas arloji.
- Gelas piala 250 ml.
- Pipet ukur : 10 ml., 50 ml.
- Pengering (Oven).
- Eksikator.

3.2.4. Prosedur

Prosedur untuk paduan mengandung timbal dibawah 6 %, timah dibawah 0,05 % dan fosfor dibawah 0,01 %.

- Timbang teliti contoh sesuai dengan Tabel berikut dan masukkan kedalam gelas piala 250 ml.

Tabel I
Berat Contoh

Timbal, %	Berat contoh, gram.
Dibawah 1,0	5
1,0 – 6,0	1

- Tambahkan :
  - 50 ml. HNO_3 (1 : 1), untuk contoh mengandung timbal dibawah 1,0 %, kemudian tutup gelas piala.
  - 20 ml. HNO_3 (1 : 1), untuk contoh mengandung timbal 1,0 – 6,0 % kemudian tutup gelas piala.
  - Jika silikon ada dalam paduan, tambahkan HF secukupnya sampai larutan jernih.
  - Bila telah larut sempurna, didihkan larutan sampai uap coklat hilang, dan biarkan dingin.
  - Cuci tutup dan dinding gelas piala.
  - Encerkan larutan menjadi 150 ml.
  - Elektrolisa larutan pada rapat arus 1,25 – 1,50 Amp per dm2 selama 1 jam.
  - Cuci tutup, dinding gelas piala dan elektroda, kemudian lanjutkan elektrolisa sampai larutan tidak berwarna.
  - Tanpa pemutusan arus, alurkan (siphon off) larutan dari gelas piala dan ganti dengan air.
  - Angkat anoda segera, cuci dengan air, dan keringkan pada 110 – 120 °C sampai berat tetap.
    Hati-hati memindahkan anoda, karena endapannya rapuh.
  - Dinginkan anoda dan timbang endapan sebagai PbO_2.

3.2.5. Perhitungan

$$\text{Kadar Timbal (Pb)} = \frac{(A \times 0{,}866)}{B} \times 100\ \%$$

Dimana :

A = berat PbO_2 yang diperoleh, gram.
B = berat contoh yang digunakan, gram.

3.3. Kadar Timbal dengan Metoda Sulfat.

3.3.1. Prinsip

Timbal diendapkan sebagai timbal sulfat.

3.3.2. Bahan.

- Asam nitrat, HNO_3 : HNO_3 pekat, HNO_3 (1 : 1)
- Asam sulfat, H_2SO_4 : H_2SO_4 pekat, H_2SO_4 (1 : 1).
- Larutan natrium hidroksida, NaOH (250 g per l).
- Larutan natrium sulfida, Na_2S (250 g per l).
- Larutan natrium sulfida, Na_2S (20 g per l).
- Kertas saring bebas abu.

3.3.3. Peralatan

- Timbangan analitis
- Gelas arloji
- Gelas piala : 250 ml, 400 ml.
- Pipet ukur : 10 ml, 50 ml.
- Pipet Volume 1 liter.
- Penangas air.
- Corong
- Cawan Gooch.
- Cawan platina.
- Bunsen
- Eksikator.

3.3.4. Prosedur

- Prosedur untuk paduan mengandung timbal 6 % dan lebih.
- Timbang teliti 1 g. contoh, masukkan gelas piala 250 ml.
- Tambahkan 15 ml. HNO_3 (1 : 1) dan tutup.
- Panaskan pada penangas air sampai pelarutan contoh sempurna.
- Tambahkan 50 ml. air panas dan diamkan pada penangas air selama 1 – 2 jam.
- Jika timah ada, saring larutan dengan kertas saring bebas abu dan filtratnya ditampung . . . (I).
- Pindahkan kertas saring dan isinya pada gelas piala semula.

- Tambahkan 15 ml. H_2SO_4 dan 25 ml. HNO_3, panaskan sampai semua unsur organik terurai.
- Pindahkan larutan tersebut pada gelas piala 400 ml dan encerkan sampai 250 ml.
- Tambahkan larutan NaOH (250 g per l) sehingga larutan alkalis.
- Tambahkan 20 ml. larutan Na_2S (250 g per l), aduk dan panaskan pada penangas air sampai larutan jernih.
- Dinginkan pada suhu kamar, saring dengan kertas saring bebas abu dan cuci endapan dengan larutan Na_2S (20 g per l).
- Larutkan endapan dalam beberapa ml. HNO_3 (1 : 1) dan tambahkan ke (I).
- Jika silikon tidak ada dalam paduan, tambahkan 20 ml. H_2SO_4 (1 : 1) kedalam larutan dan uapkan sampai uap putih, hilang.
- Jika silikon ada dalam paduan, pindahkan larutan ke cawan platina dan tambahkan 2 — 5 ml. H.F.
- Tambahkan 20 ml. H_2SO_4 (1 : 1) dan uapkan sampai uap putih hilang.
- Dinginkan, cuci dinding cawan platina dan panaskan lagi sampai uap putih hilang.
- Encerkan menjadi 150 ml. dan biarkan 1 – 2 jam.
- Saring dengan cawan Gooch dan cuci endapan dengan air dingin.
- Panaskan endapan $PbSO_4$ mula-mula dengan api kecil kemudian pada 500 — 600 °C sampai berat tetap.

3.3.5. Perhitungan :

$$\text{Kadar Timbal (Pb)} = \frac{(A \times 0{,}6833)}{B} \times 100\,\%$$

Dimana :

A = berat $PbSO_4$ yang diperoleh, gram.
B = berat contoh yang digunakan, gram.

3.4. Kadar Seng dengan Metoda Oksida.

3.4.1. Prinsip

Seng diendapkan sebagai garam sulfida.
Endapan yang terjadi dipijarkan dan ditimbang sebagai seng oksida.

3.4. Bahan

- Asam sulfat, H_2SO_4 (1 : 1), H_2SO_4 (1 : 99), H_2SO_4 1 N.
- Larutan pencuci hidrogen sulfida (H_2S) :

  Tambahkan 10 ml. H_2SO_4 kedalam 1 liter air dan jenuhkan dengan H_2S.
- Amonium hidroksida, NH_4OH (1 : 2).
- Larutan indikator metil jingga :
  Larutkan 0,1 g metil jingga dalam 100 ml air, kemudian saring.
- Kertas saring bebas abu.

3.4.3. Peralatan

- Timbangan analitis.
- Gelas arloji.
- Gelas piala 400 ml.
- Pipet ukur : 10 ml, 25 ml, 50 ml.
- Labu ukur : 1 liter
- Corong.
- Cawan porselen.
- Dapur pemanas (Muffle Furnace)
- Eksikator.

3.4.4. Prosedur

- Pipet sejumlah volume larutan bekas elektrolisa tembaga dan timbal (dari cara uji 3.1.).
- Tambahkan 15 ml. H_2SO_4 (1 : 1) dan panaskan sampai uap putih hilang.
- Jika silika ada, encerkan menjadi 50 ml dan saring lewat karena saring bebas abu.
  Cuci dengan H_2SO_4 (1 : 99) dan encerkan menjadi 200 ml.
- Dinginkan sampai suhu kamar dan aliran H_2S selama 15 menit.
- Diamkan selama 2 jam dan saring dengan kertas saring bebas abu.
- Cuci dengan larutan pencuci H_2S.
- Didihkan filtrat dan cuci 25 — 30 menit.
- Dinginkan larutan dan netralkan dengan NH_4OH (1 : 2) menggunakan indikator metil jingga.
- Encerkan menjadi 400 ml. dan tambahkan 4 ml H_2SO_4 1 N.
- Dinginkan larutan sampai suhu kamar, dan aliri H_2S minimum 30 menit.
- Endapan yang terjadi disaring dengan kertas saring bebas abu.
- Cuci endapan dengan air dingin.
- Pindahkan kertas saring dan endapan kedalam cawan porselen yang sudah diketahui beratnya.
- Panaskan sampai kertas saring terbakar.
  Kemudian pijarkan pada suhu 950 °C sampai berat tetap.
- Dinginkan dan timbang sebagai ZnO

3.4.5. Perhitungan

$$\text{Kadar Seng (Zn)} = \frac{V}{V_1} \times \frac{(A \times 0{,}8034)}{B} \times 100\ \%$$

Dimana :

A = berat ZnO yang diperoleh, gram.

B = berat contoh yang digunakan, gram.

V_1 = volume larutan yang digunakan, ml.

V = volume larutan bekas elektrolisa, ml.

3.5. Kadar Antimon dan Timah dengan Metoda Pengendapan bersama Manggan.

3.5.1. Prinsip

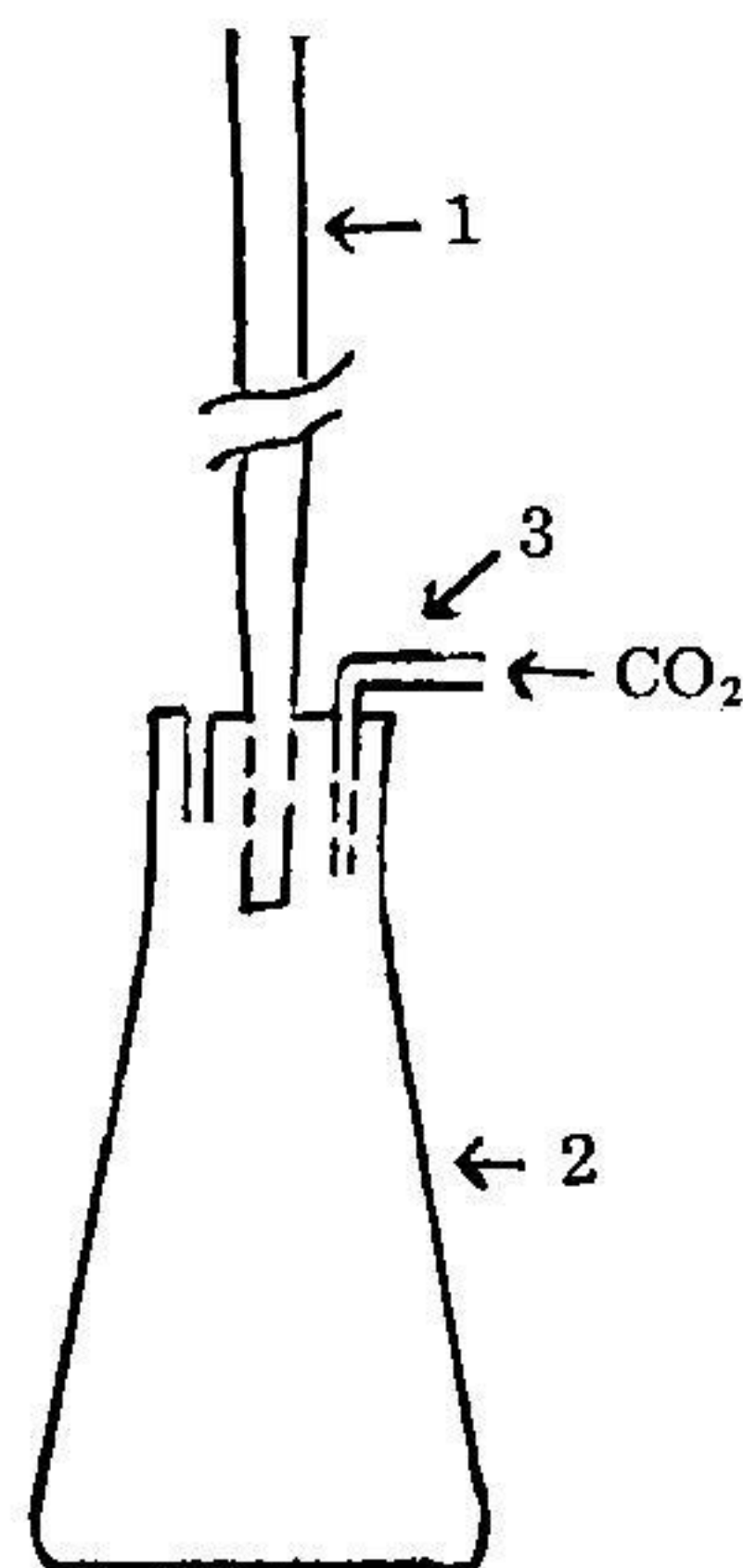
Antimon dan timah diendapkan sebagai garam sulfida. Endapan dilarutkan dengan asam, kemudian direduksi. Hasil reduksi ditrasi dengan larutan kalium bromat untuk penetapan antimon.
Selanjutnya dititrasi dengan larutan kalium iodat untuk penetapan timah.

3.5.2. Bahan

- Asam nitrat, HNO_3 pekat.
- Asam sulfat, H_2SO_4 pekat.
- Larutan mangan nitrat, Mn $(NO_3)_2$ (500 g per l).
- Larutan kalium permanganat, $KMnO_4$ (20 g per l).
- Larutan pencuci hidrogen sulfida (H_2S) :
  Jenuhkan H_2SO_4 (1 : 99) dengan H_2S.
- Hidrasin sulfat, $NH_2 . NH_2$ H_2SO_4
- Asam sulfit, H_2SO_3 (6 %).
- Larutan indikator metil jingga :
  Larutkan 0,1 g metil jingga dalam 100 ml air, kemudian saring.
- Larutan baku kalium bromat, $KBrO_3$ (0,05 N) :
  Keringkan sejumlah kristal $KBrO_3$ p.a. pada 180 °C sampai berat tetap.
  Larutkan 1,3927 g $KBrO_3$ tersebut dengan air sampai 1 liter dalam labu ukur.
- Larutan antimon klorida, $SbCl_3$ (20 g per l) :
  Larutkan 2 g $SbCl_3$ dalam 50 ml. HCl dan encerkan dengan air menjadi 100 ml.
- Larutan kalium iodida, KI (100 g per l) :
  Siapkan dalam keadaan baru.
- Larutan baku kalium iodat, KIO_3 (0,05 N) :
  Keringkan sejumlah kristal KIO_3 p.a. pada 180 °C sampai berat tetap.
  Larutkan 1,7834 g KIO_3 tersebut dalam 200 ml air yang mengandung 1 g NaOH p.a. dan 10 g KI p.a.
  Kemudian encerkan dengan air sampai 1 liter dalam labu ukur.
- Larutan amilum iodida (10 g per l) :
  1 g amilum ditambah 5 ml. air dan aduk sampai menjadi bentuk pasta.
  Tambahkan 100 ml. air mendidih kemudian dinginkan.
  Tambahkan 5 g KI dan aduk sampai KI larut.
- Kertas saring bebas abu.

3.5.3. Peralatan

- Timbangan analitis.
- Gelas arloji.
- Pipet ukur : 10 ml, 25 ml, 50 ml.
- Labu ukur : 100 ml, 1 liter.
- Erlenmeyer : 300 ml, 500 ml.

— Thermometer 100 °C.
— Buret 25 ml.
— Pengering (Oven).
— Eksikator,
— Corong.

Gambar 1
Peralatan penetapan kadar timah.
1. B u r e t
2. Erlenmeyer
3. Pipa bengkok untuk memasukkan CO_2.

3.5.4. Prosedur

— Timbang teliti 2 – 3 g contoh, masukkan kedalam Erlenmeyer 500 ml.
— Tambahkan 15 – 20 ml HNO_3, dan panaskan sampai uap coklat hilang.
— Encerkan dengan air panas sampai 250 ml, tambahkan 1 ml larutan Mn $(NO_3)_2$ (500 g per l) sambil diaduk dan didihkan.
— Tambahkan 5 ml. larutan $KMnO_4$ (20 g per l) didihkan selama 1 menit. Ulangi dengan perlakuan yang sama.
— Saring dalam keadaan panas dengan kertas saring bebas abu dan cuci beberapa kali dengan air panas.
— Kembalikan kertas saring dengan endapan ke dalam Erlenmeyer dan tambahkan 25 ml. HNO_3 dan 15 ml. H_2SO_4.
— Panaskan sampai uap putih hilang.

- Jika besi dan Fosfor ada, lanjutkan sesuai dengan prosedur I dan II.
- Jika besi atau Fosfor atau keduanya tidak ada, lanjutkan sesuai dengan prosedur II.

Prosedur I

- Dinginkan dan encerkan dengan air sampai 250 ml, kemudian aliri H_2S selama 20 menit.
- Biarkan selama dua jam dan saring dengan kertas saring bebas abu.
- Endapan dicuci dengan larutan pencuci H_2S, dan kembalikan kertas saring dengan endapannya ke Erlenmeyer.
- Tambahkan 25 ml HNO_3 dan 15 ml H_2SO_4.
- Panaskan sampai uap putih yang terjadi hilang.

Prosedur II

- Dinginkan dan tambahkan ± 0,2 g hidrasin sulfat.
- Cuci Erlenmeyer dengan 10 ml. air dan panaskan sampai uap putih yang terjadi hilang.
- Dinginkan dan tambahkan 10 ml. air, 50 ml. HCl dan 25 ml H_2SO_3 (6 %).

Penentuan Kadar Antimon.

- Tambahkan batu didih kedalam larutan dari prosedur I dan II kemudian didihkan sehingga volume menjadi 60 ± 5 ml.
- Encerkan dengan air panas sampai 300 ml. kemudian aliri dengan udara atau oksigen selama 5 menit.
- Titrasi dengan larutan $KBrO_3$ 0,05 N pada suhu kira-kira 95 °C, memakai indikator metil jingga.
- Simpan larutkan untuk analisa timah (Larutan A).

Blangko

Dikerjakan dengan prosedur dan jumlah pereaksi yang sama.

3.5.5. Perhitungan

$$\text{Kadar Antimon (Sb)} = \frac{(A - B)\ C \times 0{,}06090}{D} \times 100\ \%$$

Dimana :

A = volume larutan $KBrO_3$ yang dibutuhkan untuk titrasi contoh, ml.

B = volume larutan $KBrO_3$ yang dibutuhkan untuk titrasi blanko, ml.

C = normalitas larutan $KBrO_3$.

D = berat contoh yang digunakan, gram.

Penentuan kadar timah.

- Larutan A dari penetapan antimon diuapkan menjadi 200 ml.
- Tambahkan 60 ml HCl, 2 tetes larutan $SbCl_3$ (jika antimon tidak ada) 5 g besi dan aduk.

— Erlenmeyer ditutup dan dididihkan sampai 30 menit.

— Dinginkan sampai ± 10 °C dan alirkan CO_2 kedalam Erlenmeyer.

— Tambahkan 5 ml. larutan Kl (100 g per l) dan 5 ml. Larutan amilum iodida (10 g per l) kemudian titrasi dengan larutan KIO_3 0,05 N sampai warna biru tetap.

Blangko

Dikerjakan degan prosedur dan jumlah pereaksi yang sama.

3.5.6. Perhitungan.

$$\text{Kadar timah (Sn)} = \frac{(A - B)\,C}{D} \times 100\ \%$$

Dimana :

A = volume larutan KIO_3 yang dibutuhkan untuk titrasi contoh, ml.

B = volume larutan KIO_3 yang dibutuhkan untuk titrasi blanko, ml.

C = jumlah, timah ekuivalen dengan larutan KIO_3 gramper ml.
(1 ml. larutan standar KIO_3 = 0,003 g Sn)

D = berat contoh yang digunakan, gram.

3.6. Kadar Silikon dengan Metoda Dehidrasi Asam Sulfat

3.6.1. Prinsip

Asam silikat yang larut didehidrasi menjadi silikat yang tidak larut dengan jalan pengeringan minimum dua kali.

3.6.2. Bahan

— Asam nitrat, HNO_3 pekat.

— Asam klorida, HCl : HCl pekat, HCl (1 : 5), HCl (1 : 99).

— Amonium klorida, NH_4Cl.

— Asam sulfat, H_2SO_4 : H_2SO_4 pekat, H_2SO_4 (1 : 1).

— Asam Fluorida, HF pekat.

3.6.3. Peralatan

— Timbangan analitis.

— Gelas arloji

— Cawan platina.

— Corong

— Pipet ukur : 10 ml, 25 ml, 50 ml.

— Dapur pemanas (Muffle Furnace).

— Eksikator.

3.6.4. Prosedur

— Timbang teliti contoh sesuai dengan tabel berikut dan masukkan kedalam cawan platina.

Tabel II
Buat Contoh

Silikon, %	Berat contoh, gram.
Dibawah 1,0	5
1,0 – 5,0	1

Tambahkan :

- 10 ml. HCl dan 20 ml HNO_3, untuk contoh mengandung silikon dibawah 1,0 %.
- 5 ml. HCl dan 10 ml. HNO_3, untuk contoh mengandung silikon 1,0 – 5,0 %.
- Bila telah larut sempurna, tambahkan :
  - 30 ml. H_2SO_4, untuk contoh mengandung silikon dibawah 1,0 %.
  - 15 ml. H_2SO_4, untuk contoh mengandung silikon 1,0 – 5,0 %.
  - Panaskan sampai uap putih hilang.
- Dinginkan dan tambahkan hati-hati HCl (1 : 5), kemudian panaskan sampai mendidih.
- Jika timbal ada, tambahkan 5 g NH_4Cl dan didihkan sehingga $PbSO_4$ larut.
- Saring larutan dengan kertas saring bebas abu.
- Cuci kertas saring, dan endapan dengan HCl (1 : 99) kemudian simpan.
- Filtrat dikembalikan kedalam cawan platina dan panaskan sampai uap putih hilang.
- Dinginkan dan tambahkan hati-hati 100 ml. HCl (1 : 5), kemudian panaskan sampai mendidih.
- Jika timbal ada, tambahkan 5 g NH_4Cl dan didihkan sehingga $PbSO_4$ larut.
- Saring larutan dengan kertas saring bebas abu.
- Cuci kertas saring dan endapan dengan HCl (1 : 99).
- Pindahkan kedua kertas saring dan endapan yang didapat diatas kedalam cawan platina.
  Pijarkan pada suhu rendah sampai kertas saring terbakar. Kemudian pijarkan pada 1100 – 1150 °C didapur pemanas sampai berat tetap.
- Dinginkan dalam Eksikator dan timbang.
- Tambahkan 1 – 2 tetes H_2SO_4 (1 : 1) dan 2 – 5 ml HF, kemudian panaskan pelan-pelan sampai uap putih hilang.
- Pijarkan pada 1000 °C didapur pemanas selama 5 menit.
- Dinginkan dalam Eksikator dan timbang.
  Kehilangan berat adalah berat SiO_2.

Blangko

Dikerjakan dengan menggunakan prosedur dan jumlah pereaksi yang sama.

3.6.5. Perhitungan

$$\text{Kadar Silikon (Si)} = \frac{(A - B) \times 0{,}4672}{C} \times 100\ \%$$

Dimana :

A = berat SiO_2 yang diperoleh, gram.
B = koreksi blanko, gram.
C = berat contoh yang digunakan, gram.

3.7 Kadar Aluminium dengan Metoda Gravimetri

3.7.1. Prinsip

Aluminium diendapkan sebagai aluminium hidroksida, kemudian dipijarkan menjadi aluminium oksida.

3.7.2. Bahan

- Asam sulfat, H_2SO_4 : H_2SO_4 pekat, H_2SO_4 (1 : 19)
- Asam klorida, HCl pekat.
- Amonium hidroksida, NH_4OH : NH_4OH (1 : 1), NH_4OH (1 : 3)
- Larutan amonium setat (400 g per l).
- Larutan 8 -hidroksi quinolin (25 g per l) :
  25 g 8-hidroksi quinolin ditambah 50 ml asam asetat dan panaskan pelan-pelan.
  Tuang larutan hasil kedalam 900 ml air pada 60 °C.
  Dinginkan, saring dan encerkan menjadi 1 liter.
- Bubur kertas saring :
  Potongan kertas saring ditambah air dan HNO_3 encer secukupnya kemudian dipanaskan sampai menjadi bubur.
- Kertas saring bebas abu.
- Larutan indikator metil merah (0,2 g per l) :
  Larutkan 0,02 g indikator metil merah dalam 100 ml air panas, dinginkan dan saring.
- Larutan indikator brom kresol ungu (0,4 g per l) :
  Larutkan 0,04 g indikator brom kresol ungu dalam 100 ml air panas, dinginkan dan saring.
- Larutan amonium klorida, NH_4Cl (10 g per l).

3.7.3. Peralatan

- Timbangan analitis.
- Gelas arloji.
- Gelas piala : 400 ml.
- Pipet ukur : 10 ml, 25 ml.
- Labu ukur 1 liter.
- Corong.
- Sel katoda merkuri.
- Cawan platina bertutup.

- Dapur pemanas (Muffle Furnace).
- Buret.
- Termometer 100 °C.
- Cawan penyaring dengan saringan halus.
- Pengering (Oven).
- Eksikator.

3.7.4. Prosedur

- Pipet sejumlah volume larutan bekas elektrolisa tembaga dan timbal (dari cara uji 3.1.).
- Tambahkan 5 ml H_2SO_4 dan panaskan sampai uap putih hilang.
- Biarkan larutan dingin, cuci dinding gelas piala dengan air dan panaskan lagi sampai uap putih hilang.
- Dinginkan larutan, dan encerkan menjadi 25 ml.
- Jika $PbSO_4$ ada, saring dan cuci dengan H_2SO_4 (1 : 19).
- Elektrolisa larutan pada sel katoda merkuri pada arus 3 — 5 Amp. (Sambil elektrolit dan merkuri diaduk) sampai elektrolisa sempurna.
- Kurangi arus dan pisahkan merkuri dari larutan.
  Jika larutan mengandung amalgam bebas yag mengapung sesudah pemisahan, saring elektrolit dan amalgam dibuang.
- Jika berilium dan fosfor tidak ada, larutan diencerkan menjadi 200 ml.
  Tambahkan 5 ml. HCl dan sedikit bubur kertas saring.
  Didihkan larutan, tambahkan 2 tetes indikator metil merah kemudian tambahkan NH_4OH sampai mendekati netral.
  Tambahkan NH_4OH (1 : 3) sampai warna kuning dan didihkan pelan-pelan selama 1 menit.
  Tambahkan NH_4OH (1 : 3) berlebih jika warna larutan orange muda.
  Saring dengan kertas saring bebas abu dan cuci dengan larutan NH_4Cl (10 g per l) panas.
  Pindahkan kertas saring dan endapan ke cawan platina yang sudah diketahui beratnya, kemudian bakar sampai kertas saring habis.
  Pijarkan cawan platina bertutup pada suhu 1100 °C sampai berat tetap.
  Dinginkan dan timbang sebagai Al_2O_3

3.7.5. Perhitungan

$$\text{Kadar aluminium (Al)} = \frac{V}{V_1} \times \frac{(A \times 0{,}5291)}{B} \times 100\ \%$$

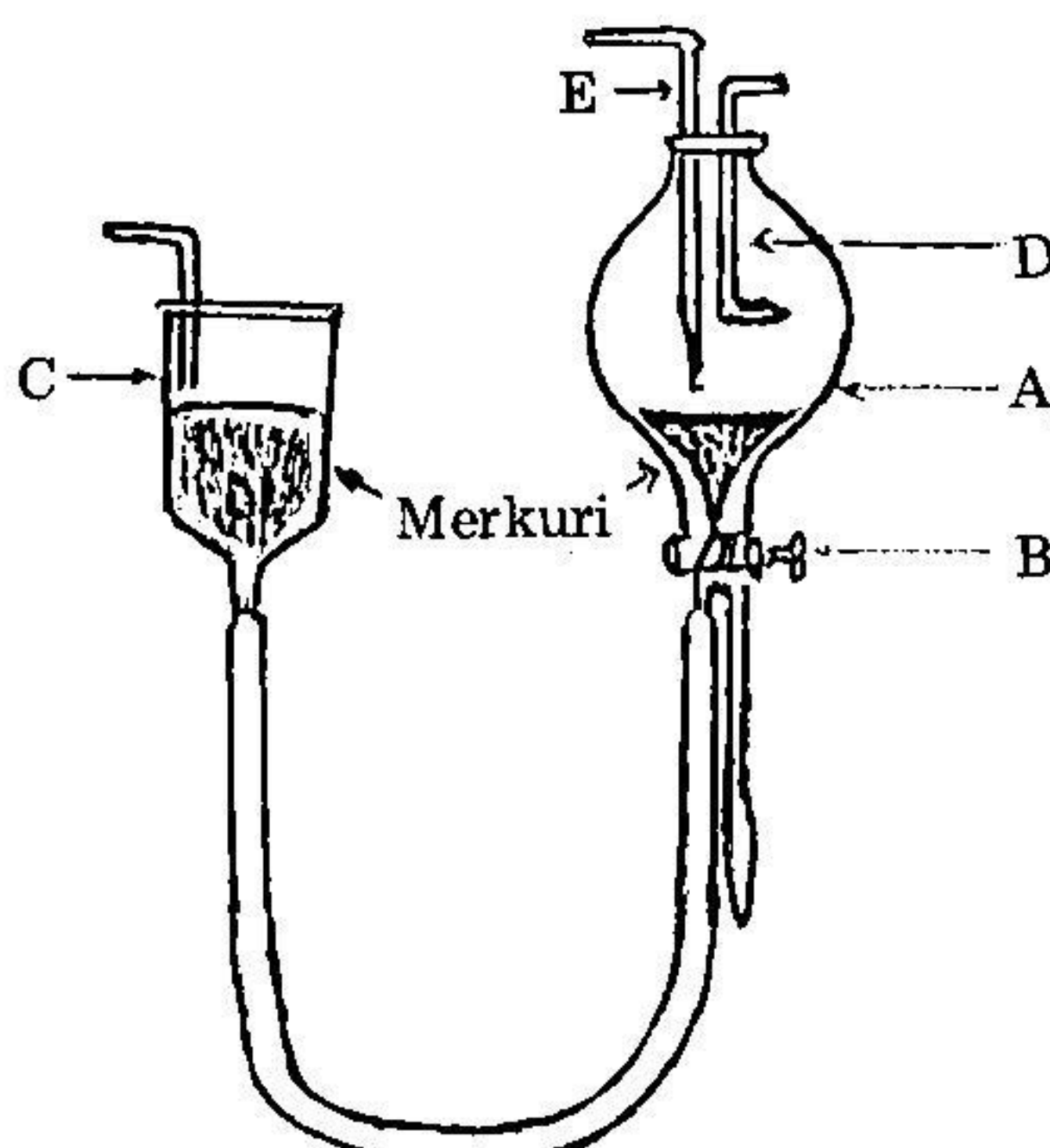
Dimana :

A = berat Al_2O_3 yang diperoleh, gram.

B = berat contoh yang digunakan, gram.

V_1 = Volume larutan yang digunakan, ml.

V = Volume larutan bebas elektrolisa, ml.

- Jika berilium atau fosfor ada, larutan diencerkan menjadi 200 ml. Tambahkan 10 ml HCl, 15 ml. larutan amonium asetat (400 g per l) dan 8 — 10 tetes indikator brom kresol ungu.
  Tambahkan NH_4OH (1 : 1) sehingga warna larutan ungu.

Gambar 2
Sel katoda merkuri

A = bejana gelas.
B = k e r a n
C = gelas penduga
D = kawat platina
E = pipa bengkok untuk memasukkan udara.

3.8. **Kadar Nikel dengan Metoda di Metilglioksim**

3.8.1. Prinsip

Nikel diendapkan dengan penambahan larutan alkohol dimetilglioksim sebagai nikel dimetilglioksim.

3.8.2. Bahan

- Asam sulfat, H_2SO_4 : H_2SO_4 pekat, H_2SO_4 (3 : 97).
- Larutan asam tartarat, HOOC $(CHOH)_2$ COOH (250 g per l).
- Amonium hidroksida, NH_4OH.
- Larutan alkohol dimetilglioksim, $CH_3C(NOH)C(NOH)CH_3$ (10 g per 1) : Larutkan 10 g dimetilglioksim dalam alkohol dan encerkan dengan alkohol menjadi 1 liter saring sebelum digunakan.

3.8.3. Peralatan

- Timbangan analitis.
- Gelas arloji
- Gelas piala 400 ml.
- Pipet ukur : 10 ml, 25 ml, 50 ml.
- Labu ukur 1 liter.
- Termometer 100 °C.
- Cawan Gooch.

— Pengering (Oven).

— Eksikator.

3.8.4. Prosedur

— Pipet sejumlah volume larutan bekas elektrolisa tembaga dan timbal (dari cara uji 3.1.).

— Jika silikon ada, tambahkan 5 ml. H_2SO_4 dan panaskan sampai uap putih hilang.
Dinginkan, encerkan dan saring dengan kertas saring bebas abu.
Cuci dengan H_2SO_4 (3 : 97) dan encerkan menjadi 100 — 300 ml.

— Pindahkan larutan ke gelas piala 400 ml. dan tambahkan 10 ml. larutan asam tartarat (250 g per l)

— Netralkan dengan NH_4OH dan tambahkan lagi 1 ml.

— Panaskan sampai 70 °C dan tambah 8 — 10 ml larutan alkohol dimetilglioksim (10 g per l). langsung ke larutan.

— Aduk dan dinginkan sampai suhu kamar.

— Saring dengan cawan Gooch yang sudah diketahui beratnya dan cuci dengan air dingin.

— Keringkan endapan pada 150 °C sampai berat tetap.

— Dinginkan dalam eksikator dan timbang sebagai nikel dimetilglioksim.

3.8.5. Perhitungan

$$\text{Kadar Nikel (Ni)} = \frac{V}{V_1} \times \frac{(A \times 0{,}2032)}{B} \times 100\ \%$$

Dimana :

A = berat nikel dimetilglioksim yang diperoleh, gram

B = berat cotnoh yang digunakan, gram.

V_1 = volume larutan yang digunakan, ml.

V = volume larutan bekas elektrolisa, ml.

3.9. Kadar Besi dengan Metoda Dikromat

3.9.1. Prinsip

Besi valensi tiga direduksi menjadi besi valensi dua dan dititrasi dengan larutan dikromat.

3.9.2. B a h a n

— Asam nitrat, HNO_3 : HNO_3 pekat, HNO_3 (1 : 1), HNO_3 (1 : 99)

— Asam fluorida, HF pekat.

— Asam sulfat, H_2SO_4 pekat.

— Asam perklorat, $HClO_4$ pekat.

— Asam bromida, HBr pekat.

— Amonium hidroksida, HN_4OH pekat.

— Larutan amonium klorida, NH_4Cl (20 g per l)

— Asam klorida, HCl (1 : 1).

— Larutan baku klorida (50 g per l). :
Larutkan 12,5 g $SnCl_2.2H_2O$ dalam 25 ml. HCl dan encerkan menjadi 250 ml.
Simpan larutan dalam botol yang bertutup.

— Larutan merkuri klorida jenuh :
Tambahkan 60 — 100 g $HgCl_2$ kedalam 400 ml. air panas, kocok dan dinginkan pada suhu kamar.
Tambahkan air sedemikian sehingga semua kristal larut.

— Larutan indikator natrium dipenilamin sulfonat (2 g per 1).

— Asam fosfat, HPO_3 (1 : 3).

— Kertas saring bebas abu.

— Larutan baku kalium dikromat, $K_2Cr_2O_7$ (0,05 N)
Larutkan 2,4518 g $K_2Cr_2O_7$ p.a. dengan air sampai 1 l dalam labu ukur.

3.9.3. Peralatan

— Timbangan analitis

— Gelas arloji

— Gelas piala : 250 ml, 400 ml.

— Erlenmeyer 300 ml.

— Pipet ukur : 10 ml, 25 ml, 50 ml.

— Pipet volume : 25 ml, 100 ml.

— Labu ukur 1 liter.

— C o r o n g

— Buret 25 ml.

— Penangas air.

3.9.4. Prosedur

Prosedur untuk paduan yang mengandung timah dibawah 0,05 %, arsen dibawah 0,01 % dan antimon dibawah 0,01 %.

a. Timbang teliti contoh sesuai dengan tabel berikut dan masukkan gelas piala 400 ml.

Tabel III
Berat Contoh

Besi, %	Berat contoh, gram
Dibawah 0,25 $\geqslant$ 0,25	5 1 — 2

Tambahkan :

— 50 ml. HNO_3 (1 : 1), untuk contoh mengandung besi dibawah 0,25 %.

— 25 ml HNO_3 (1 : 1), untuk contoh mengandung besi $\geqslant$ 0,25 %.

b. Jika silikon ada, tambahkan 2 — 5 ml. HF.

Tambahkan 5 — 10 ml. H_2SO_4 dan panaskan sampai uap putih hilang.

— Dinginkan dan encerkan dengan air.

— Tambahkan 2 — 3 ml HNO_3 dan didihkan selama 5 menit.

c. — Encerkan larutan menjadi 150 ml.
   - Tambahkan NH_4OH sehingga alkalis dan didihkan beberapa menit.
   - Pindahkan gelas piala dari pemanas, dan saring dalam keadaan panas menggunakan kertas saring bebas abu.
   - Cuci gelas piala dan endapan beberapa kali secara berganti-ganti dengan larutan NH_4Cl (20 g per l) dan air panas.

d. — Larutkan endapan lewat kertas saring dengan 20 ml. HCl (1 : 1) panas, dan cuci dengan air panas. Larutan endapan dan larutan bekas pencucian ditampung dalam gelas piala semula.
   - Encerkan larutan menjadi 150 ml.
   - Tambahkan NH_4OH sehingga alkalis dan didihkan beberapa menit.
   - Pindahkan gelas piala dari pemanas, dan saring dalam keadaan panas menggunakan kertas saring bebas abu.
   - Cuci gelas piala dan endapan beberapa kali secara berganti-ganti dengan larutan NH_4Cl (20 g per l) dan air panas.
   - Larutkan endapan lewat kertas saring dengan 20 ml. HCl (1 : 1) panas, dan cuci dengan air panas.
     Larutan endapan dan larutan bekas pencucian ditampung dalam gelas piala semula.

e. — Uapkan larutan menjadi 15 — 20 ml. dan cuci dinding gelas piala.
   - Didihkan dan tambahkan larutan $SnCl_2$ (50 g per l) tetes demi tetes sambil diaduk sampai warna kuning hilang dan tambahkan lagi 1 tetes larutan $SnCl_2$.

f. — Encerkan larutan menjadi 50 ml, dinginkan pada suhu kamar, aduk dan tambahkan 10 ml larutan $HgCl_2$ jenuh. Endapan yang terjadi berwarna putih.
     Bila endapan berwarna abu-abu atau hitam, berarti penambahan larutan $SnCl_2$ terlalu banyak, maka perlu diulang dari awal.
   - Tambahkan 10 ml. H_3PO_3 (1 : 3) dan 4 tetes indikator natrium dipenilamin sulfonat (2 g per l).
   - Titrasi larutan dengan larutan $K_2Cr_2O_7$ 0,05 N sampai warna larutan berubah dari hijau menjadi hijau keabu-abuan.
     (Volume larutan yang dititrasi maksimum 100 ml).
     Lanjutkan titrasi sampai terjadi warna ungu atau biru lembayung.

Blangko

Dikerjakan dengan prosedur dan jumlah pereaksi yang sama.

3.9.5. Perhitungan

$$\text{Kadar Besi (Fe)} = \frac{(A - B)\, C \times 0{,}0559}{B} \times 100\,\%$$

Dimana :

A = Volume larutan $K_2Cr_2O_7$ yang dibutuhkan untuk titrasi contoh, ml.

B = Volume larutan $K_2Cr_2O_7$ yang dibutuhkan untuk titrasi blanko, ml.

C = Normalitas larutan $K_2Cr_2O_7$.

D = Berat contoh yang digunakan, gram.

Prosedur untuk paduan yang mengandung timah $\geqslant$ 0,05 %, dengan atau tanpa arsen dan antimon

— Timbang teliti 5 g. contoh dan masukkan gelas piala 250 ml.

— Tambahkan 50 ml HNO_3 (1 : 1) dan panaskan sampai uap coklat hilang.

— Jika silikon ada, tambahkan HF 2 – 5 ml.
Tambahkan 5 – 10 ml H_2SO_4 dan panaskan sampai uap putih hilang, kemudian dinginkan.

— Encerkan larutan dengan air panas menjadi 100 ml.

— Panaskan pada penangas air selama 1 jam.

— Saring dengan dua kertas saring bebas abu dan cuci dengan HNO_3 (1 : 99) panas dan filtrat disimpan . . . . (Filtrat I).

— Pindahkan kertas saring dan isinya ke gelas piala semula, kemudian tambahkan 15 ml. HNO_3 dan 10 ml. $HClO_4$.

— Panaskan sampai uap putih hilang.

— Dinginkan dan cuci dinding gelas piala.

— Tutup dan tambahkan 10 ml. HBr.

— Ambil gelas penutup dan didihkan pelan-pelan sampai uap putih tampak.

— Ulangi perlakuan dengan penambahan HBr.

— Tambahkan 15 ml dan panaskan untuk melarutkan garam terlarut.

— Jika silikon ada, saring larutan dan campur dengan filtrat I.

— Lanjutkan sesuai dengan prosedur 3.9.4. (c), sampai dengan 3.9.4. (f) juga dengan blanko yang sama dan perhitungan seperti 3.9.5.

3.10. Kadar Manggan dengan Metoda Bismutat

3.10.1. Prinsip

Manggan valensi dua dioksidasikan dengan natrium bismutat menjadi manggan valensi enam.
Kemudian direduksi dengan garam fero berlebihan dan kelebihannya dititrasi dengan kalium permanganat.

3.10.2. B a h a n

— Asam nitrat, HNO_3 (3 : 97).

— Asam fluorida, HF pekat.

— Larutan fero amonium sulfat (12 g per l) :
Larutkan 12 g $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 . 6H_2O$ dalam 1 liter H_2SO_4 (5 : 95) dingin.

— Kristal natrium bismutat, $NaBiO_3$ p.a.

— Larutan baku kalium permanganat, $KMnO_4$ 0,03 N :
Larutkan 0,96 g $KMnO_4$ dalam 1 liter air.
Simpan selama 2 minggu ditempat gelap, saring dengan cawan Gooch kemudian simpan dalam botol warna gelap dan tertutup.

Pembakuan dengan asam oksolat :

- Timbang teliti 150 mg asam oksalat ($COOHCOOH.2H_2O$)
- Larutkan dengan air menjadi 100 ml dalam labu ukur.
- Pipet 25 ml larutan, tambahkan 25 ml. H_2SO_4 4 N dan encerkan dengan air menjadi 200 ml.
- Panaskan sampai 70 °C dan titrasi dengan larutan $KMnO_4$ diatas sampai warna merah muda tetap.

3.10.3. Peralatan

- Timbangan analitis.
- Gelas arloji.
- Pipet ukur : 10 ml, 25 ml, 50 ml.
- Labu ukur : 100 ml, 1 liter.
- Termometer 100 °C
- Cawan Gooch
- Buret 25 ml.
- Pipet volume 25 ml.
- Erlenmeyer 300 ml.

3.10.4. Prosedur

- Timbang teliti 1 g contoh dan masukkan kedalam Erlenmeyer 500 ml.
- Tambahkan 50 ml. HNO_3 (3 : 7) dan panaskan sampai uap coklat hilang. (Bila silikon ada, tambahkan 2 – 5 ml HF).
- Dinginkan dan tambahkan 0,5 – 1,5 g $NaBiO_3$.
- Panaskan sampai warna ungu hilang atau sampai timbul endapan MnO_2.
- Tambahkan beberapa tetes larutan fero amonium sulfat (12 g per l) sehingga larutan jernih.
- Didihkan sampai uap coklat hilang.
- Dinginkan sampai suhu 10 – 15 °C, dan tambahkan 0,5 – 1,5 g $NaBiO_3$ atau yang sama dengan 26 x jumlah mangan yang diduga, aduk selama 1 menit.
- Tambahkan 50 ml. HNO_3 (3 : 97) dingin (pada suhu 10 – 15 °C).
- Saring dengan cawan Gooch dan cuci dengan 50 ml. HNO_3 (3 : 97) dingin sampai filtrat jernih.
- Tambahkan larutan fero amonium sulfat (12 g per l) secukupnya dari buret sampai warna ungu hilang dan tambahkan lagi 1 – 2 ml.
- Titrasi dengan larutan $KMnO_4$ 0,03 N sampai titik akhir.

Blangko

Dikerjakan dengan prosedur dan jumlah pereaksi yang sama.

3.10.5. Perhitungan

$$\text{Kadar Manggan (Mn)} = \frac{(A - B)\, C \times 0{,}0110}{D} \times 100\,\%$$

Dimana :

A = volume larutan $KMnO_4$ yang dibutuhkan untuk titrasi blanko, ml.

B = volume larutan $KMnO_4$ yang dibutuhkan untuk titrasi contoh, ml.

C = normalitas larutan $KMnO_4$.

D = berat contoh yang digunakan, gram.

3.11.Kadar Manggan dengan Metoda Bromat.

(Kandungan manggan $\geqslant$ 1 %)

3.11.1. Prinsip

Manggan valensi dua dioksidasikan dengan kalium bromat menjadi manggan valensi enam.
Kemudian direduksi dengan garam fero berlebih dan kelebihannya dititrasi dengan kalium permanganat.

3.11.2. B a h a n

- Asam nitrat, HNO_3 (1 : 1).
- Asam sulfat, H_2SO_4 (1 : 1).
- Asam fluorida, HF pekat.
- Larutan feri nitrat (50 g per l) :
  Larutkan 5 g Fe $(NO_3)_3.9H_2O$ dalam air dan encerkan menjadi 100 ml.
- Larutan fero amonium sulfat (12 g per l)
  Larutkan 12 g $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2.6H_2O$ dalam 1 l H_2SO_4 (5:95) dingin. dingin.
- Kristal kalium bromat, $KbrO_3$ p.a.
- Larutan standar kalium permanganat, $KMnO_4$ 0,03 N :
  Larutkan 0,96 g $KMnO_4$ dalam 1 liter air. Simpan selama 2 minggu ditempat gelap.
  Saring dengan cawan Gooch. kemudian simpan dalam botol warna gelap dan bertutup.

Pembakuan dengan asam oksalat :

- Timbang teliti 150 mg asam oksalat $(COOH.COOH.2H_2O)$.
- Larutkan dengan air menjadi 100 ml dalam labu ukur.
- Pipet 25 ml. larutan, tambahkan 25 ml H_2SO_4 4 N dan encerkan dengan air menjadi 200 ml.
- Panaskan sampai 70 °C dan titrasi dengan larutan $KMnO_4$ di atas sampai warna merah muda tetap.
- Kertas saring bebas abu.

3.11.3. Peralatan

- Timbangan analitis.
- Gelas arloji
- Erlenmeyer 300 ml.
- Pipet ukur : 10 ml, 25 ml, 50 ml.

- Labu ukur : 100 ml, 1 liter.
- Corong
- Buret 25 ml.

3.11.4. Prosedur

- Timbang teliti 2 g contoh dan masukkan kedalam Erlenmeyer 300 ml.
- Tambahkan 25 ml. HNO_3 (1 : 1) dan didihkan sampai uap coklat hilang.
- Jika silikon ada, tambahkan 2 – 5 ml. HF.
- Tambahkan larutan Fe $(NO_3)_3$ (50 g per l) secukupnya sehingga kandungan besi dalam larutan ekuivalen dengan kandungan mangan. (1 ml. larutan $Fe(NO_3)_3$ (50 g per l) ekuivalen dengan 0,007 g besi).
- Tambahkan 75 ml. air dan 1 – 2 g $KBrO_3$.
- Didihkan 10 – 12 menit.
- Jaga keasaman larutan 0,8 – 1 N untuk mengendapkan MnO_2.
- Biarkan endapan MnO_2 mengendap selama 1 – 2 menit dan saring dengan kertas saring bebas abu.
- Cuci erlenmeyer 3 atau 4 kali dengan air panas, kemudian cuci kertas saring dan endapannya beberapa kali untuk menghilangkan bromate dan bromida.
- Kembalikan kertas saring dan endapannya ke Erlenmeyer.
- Tambahkan 25 – 50 ml air dingin.
- Tambahkan 15 ml H_2SO_4 (1 : 1) dan larutan fero amonium (12 g per l) berlebih.
- Titrasi dengan larutan $KMnO_4$ 0,03 N sampai titik akhir.

Blangko

15 ml H_2SO_4 (1 : 1) ditambah sejumlah larutan fero amonium sulfat (12 g per l) yang tepat sama seperti yang digunakan untuk contoh dan titrasi dengan larutan $KMnO_4$ 0,03 N sampai titik akhir.

3.11.5. Perhitungan

$$\text{Kadar Manggan (Mn)} = \frac{(A - B)\, C \times 0{,}0277}{D} \times 100\,\%$$

Dimana :

A = volume larutan $KMnO_4$ yang dibutuhkan untuk titrasi blangko, ml.

B = volume larutan $KMnO_4$ yang dibutuhkan untuk titrasi contoh, ml.

C = normalitas larutan $KMnO_4$

D = berat contoh yang digunakan, gram.

3.12. Kadar Fosfor dengan Metoda Alkalimetri

3.12.1. Prinsip

Fosfor diendapkan sebagai amonium fosfomolibdat. Endapan dilarutkan

dalam larutan baku NaOH dan kelebihan larutan NaOH dititrasi dengan larutan baku HCl.

3.12.2. B a h a n

— Asam nitrat, HNO_3 : HNO_3 pekat, HNO_3 (2 : 98)

— Asam klorida, HCl pekat, HCl (1 : 2).

— Asam fluorida, HF pekat.

— Larutan amonium molibdat amoniakal :
Timbang 65 g amonium hepta molibdat, $(NH_4)_6\ Mo_7O_{24}.4H_2O$ dan 225 g amonium nitrat, NH_4NO_3 ; masukkan gelas piala 800 ml.
Tambahkan 15 ml NH_4OH dan 600 ml. air.
Aduk dan panaskan pelan-pelan sampai kristal terlarut.
Saring dengan kertas saring bebas abu dan encerkan menjadi 1 liter.

— Larutan kalium permanganat, $KMnO_4$ (jenuh).

— Larutan indikator penol ptalein alkoholis (5 g per l).
Larutkan 0,5 g indikator penol ptalein dalam 80 ml. alkohol dan tambahkan 20 ml. air.

— Larutan baku asam klorida, HCl (0,15 N) :
Encerkan 13,35 ml HCl (11,3 N) dengan air menjadi 1 liter dalam labu ukur.

— Pembakuan dengan natrium boraks :
(—) Timbang teliti 750 mg. natrium boraks, $Na_2B_4O_7$ p.a.
(—) Larutkan menjadi 100 ml dengan air dalam labu ukur.
(—) Pipet 25 ml larutan dan encerkan dengan air menjadi 200 ml.
(—) Titrasi dengan larutan HCl diatas memakai indikator metil merah sampai warna kuning berubah menjadi merah muda.

— Larutan amonium nitrit, NH_4NO_2 (100 g per "l").

— Kristal amonium nitrat, NH_4NO_3 p.a.

— Larutan baku natrium hidroksida, NaOH (0,15 N) :
Larutkan 6,3 g NaOH p.a. dengan air yang sudah didihkan menjadi 1 liter dalam labu ukur.
Simpan larutan pada botol yang bertutup.

— Pembakuan dengan larutan baku HCl 0,15 N :
(—) Pipet 25 ml larutan NaOH diatas dan encerkan dengan air menjadi 200 ml.
(—) Titrasi dengan larutan standar HCl 0,15 N memakai indikator penol ptalein sampai warna merah muda hilang.

— Larutan amonium klorida, NH_4Cl (10 g per l).

— Larutan kalium nitrat, KNO_3 (10 g per l).

— Larutan feri klorida, $FeCl_3$ (62,5 g $FeCl_3.6H_2O$ per l).

— Kertas saring bebas abu.

— Larutan asam borat, H_3BO_3 (jenuh).

3.12.3. Peralatan

- Timbangan analitis.
- Gelas arloji.
- Gelas piala 800 ml.
- Erlenmeyer : 300 ml, 500 ml.
- Pipet ukur : 10 ml, 25 ml, 50 ml.
- Pipet volume : 25 ml.
- Labu ukur : 100 ml, 1 liter
- Corong.
- Penangas air.
- Termometer 100 °C
- Buret 25 ml.

3.12.4. Prosedur

Prosedur untuk paduan yang mengandung timah dibawah 0,05 %, silikon dibawah 0,05 % dan arsen dibawah 0,05 % dan arsen dibawah 0,01 %.

a. — Timbang teliti 1 — 5 g contoh yang mengandung ± 0,005 g fosfor, masukkan kedalam Erlenmeyer 500 ml.
- Tambahkan 7 ml. HNO_3 untuk setiap gram contoh.
- Panaskan sampai uap coklat hilang dan tambahkan 100 ml. air.
- Didihkan dan tambahkan larutan $KMnO_4$ jenuh tetes demi tetes sampai warna ungu tetap.
- Didihkan selama 5 menit dan tambahkan larutan NH_4NO_2 (100 g per l) tetes demi tetes sampai larutan berwarna biru jernih.
- Didihkan selama 5 menit.

b. — Dinginkan larutan menjadi 45 °C dan tambahkan 5 g NH_4NO_3.
- Tambahkan 60 ml. larutan amonium molibdat dan kocok.
- Tutup Erlenmeyer dengan tutup karet, goyang selama 5 menit dan biarkan pada suhu kamar selama 1 jam.
- Saring dengan kertas saring bebas abu.
- Cuci Erlenmeyer dan endapan dengan HNO_3 (2 : 98) 3 kali, kemudian dengan larutan KNO_3 (10 g per l) 5 kali.
- Lanjutkan pencucian dengan larutan KNO_3 (10 g per l) sampai bebas asam.

c. — Masukkan kertas saring dan endapan ke dalam Erlenmeyer.
- Tambahkan 30 ml. air bebas CO_2, tutup Erlenmeyer dan kocok sampai kertas saring hancur.
- Cuci tutup dan dinding Erlenmeyer, kemudian tambahkan 3 atau 4 tetes indikator penol ptalein.
- Tambahkan larutan NaOH 0,15 N dari buret sampai warna merah muda tetap, kemudian tambahkan 2 ml. berlebih.

— Encerkan menjadi 100 ml. dengan air bebas CO_2 dan titrasi dengan HCl 0,15 N sampai warna merah muda hilang.

3.12.5. Perhitungan

$$\text{Kadar Fosfor (P)} = \frac{(AB - CD) \times 0{,}00135}{E} \times 100\ \%$$

Dimana :

A = volume larutan NaOH yang ditambah kepada contoh, ml.

B = normalitas larutan NaOH.

C = volume larutan HCl yang dibutuhkan untuk titrasi kelebihan larutan NaOH, ml.

D = normalitas larutan HCl.

E = berat contoh yang digunakan, gram.

Prosedur untuk paduan yang mengandung timah 0,05 % dan lebih, silikon dibawah 0,05 % dan arsen dibawah 0,01 %.

— Timbang teliti 1 — 5 g contoh yang mengandung ± 0,005 g fosfor, masukkan kedalam Erlenmeyer 500 ml.

— Tambahkan 2 ml HCl dan 5 ml HNO_3 untuk setiap gram contoh.

— Bila pelarutan sempurna, tambahkan 20 ml. air.

— Didihkan pelan-pelan 3 — 5 menit dan tambahkan 80 ml. air.

— Lanjutkan sesuai dengan prosedur 3.12.4. (a).
Sampai dengan 3.12.4 (c) dan perhitungan 3.12.5.

Prosedur untuk paduan yang mengandung arsean 0,01 % dan lebih dan silikon dibawah 0,05 %.

— Timbang teliti 1 — 5 g contoh yang mengandung ± 0,005 g fosfor, masukkan kedalam gelas piala 400 ml.

— Tambahkan 5 ml HCl dan 20 ml. HNO_3.

— Bila pelarutan sempurna, tambahkan 20 ml air.

— Didihkan pelan-pelan 3 — 5 menit.

— Tambahkan 10 ml. larutan $FeCl_3$ (62,5 g per l), dan 5 g NH_4Cl.

— Encerkan larutan menjadi 200 ml, buat sehingga amoniakal dan didihkan.

— Biarkan endapan mengendap selama 5 menit dan saring dengan kertas saring bebas abu.

— Cuci gelas piala dan endapan dengan larutan NH_4Cl (10 g per l) panas.

— Masukkan kertas saring dan endapan ke dalam gelas piala semula.

— Tambahkan 30 ml. HCl (1 : 2) dan panaskan pada penangas air sampai endapan terlarut.

— Didihkan larutan, saring dengan kertas saring bebas abu dan cuci 10 kali dengan HCl (2 : 98) panas.

— Encerkan filtrat menjadi 300 ml dan aliri H_2S selama 30 menit.

— Biarkan endapan sulfida menggumpal selama 2 — 3 jam dan saring dengan

kertas saring bebas abu.

- Cuci endapan 5 kali dengan air H_2S yang mengandung beberapa tetes HCl dan buang endapan.
- Uapkan filtrat menjadi ± 10 ml. dan pindahkan kedalam Erlenmeyer 500 ml.
- Tambahkan 15 ml. HNO_3, didihkan pelan-pelan 10 menit dan tambahkan 100 ml. air.
- Lanjutkan sesuai dengan prosedur 3.12.4. (a) sampai dengan 3.12.4. (c) dan perhitungan 3.12.5.

Prosedur untuk paduan yang mengandung silikon 0,05 % dan lebih.

- Timbang teliti 1 — 5 g contoh yang mengandung ± 0,005 g fosfor, masukkan kedalam gelas piala 400 ml.
- Tambahkan 5 ml. HCl dan 20 ml. HNO_3.
- Bila pelarutan sempurna, tambahkan 2 -- 3 ml HF dan panaskan pelan-pelan sampai hampir asat. Hindari terjadinya percikan.
- Cuci dinding gelas piala dengan 10 ml. HNO_3 dan uapkan lagi sampai hampir asat.
- Tambahkan 5 ml HNO_3 dan 10 ml. larutan HBO_3 jenuh.
- Encerkan menjadi 50 ml. dan didihkan.
- Jika arsen atau asam meta stanat ada, tambahkan 10 ml. larutan $FeCl_3$ (62,5 g per l).
- Pindahkan larutan ke Erlenmeyer 500 ml, dan tambahkan 100 ml. air.
- Lanjutkan sesuai dengan prosedur 3.12.4. (a) sampai 3.12.4 (c) dan perhitungan 3.12.5.

3.13. Kadar Arsen Dengan Metoda Destilasi Bromat (Moffat)

3.13.1. Prinsip.

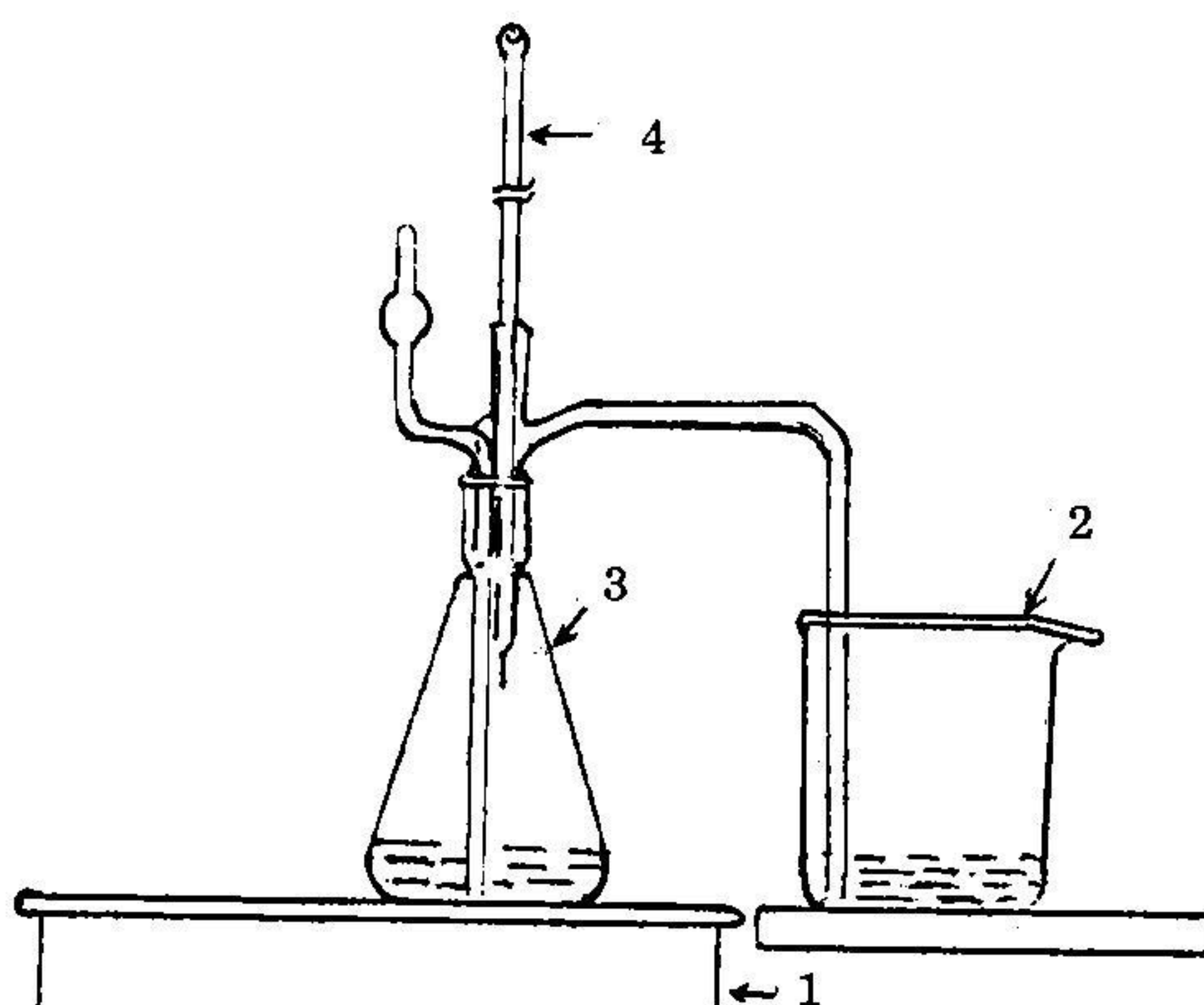
Arsen direduksi menjadi arsen (AsH_3). Kemudian dititrasi dengan larutan $KBrO_3$.

3.13.2. B a h a n.

- Asam nitrat, HNO_3 pekat.
- Asam klorida, HCl pekat.
- Asam sulfat, H_2SO_4 pekat.
- Kristal kalium hidro sulfat, $KHSO_4$ p.a.
- Kristal hidrasin sulfat, NH_2 NH_2 H_2SO_4 p.a.
- Kristal fero sulfat, $FeSO_4 . 7H_2O$ p.a.
- Kristal natrium klorida, NaCl p.a.
- Larutan indikator metil jingga :
  Larutkan 0,1 g metil jingga dalam 100 ml. air dan saring.
- Larutan baku kalium bromat, $KBrO_3$ (0,05 N) :
  Keringkan sejumlah kristal $KBrO_3$ p.a. pada 180 °C sampai berat tetap.

Larutkan 1,3917 g $KBrO_3$ tersebut dengan air sampai 1 liter dalam labu ukur.

3.13.3. Peralatan

- Timbangan analitis.
- Gelas arloji.
- Pipet ukur : 10 ml, 25 ml, 50 ml.
- Labu ukur : 100 ml, 1 liter.
- Erlenmeyer : 300 ml, 500 ml.
- Buret 25 ml.
- Pengering (oven).
- Eksikator.

Gambar 3
Peralatan Penetapan Kadar Arsen

1. Pemanas listrik
2. Gelas piala
3. Erlenmeyer.
4. Termometer.

3.13.4. Prosedur

- Timbang teliti 2 – 3 g contoh, masukkan kedalam Erlenmeyer 500 ml.
- Tambahkan 10 – 15 ml. HNO_3, tutup dan panaskan sampai contoh larut.
- Tambahkan 10 g $KHSO_4$ dan 30 ml. H_2SO_4.
- Panaskan dengan adukan tetap sampai uap putih hilang.
- Dinginkan dan tambahkan ± 0,2 g hidrasin sulfat.

- Cuci dinding Erlenmeyer dengan 15 ml. air dan panaskan lagi sampai uap putih hilang.
- Dinginkan residu dan tambahkan 20 ml. air. Kocok hingga larut dan dinginkan pada suhu kamar.
- Tambahkan 0,2 g $FeSO_4 . 7H_2O$, 50 ml. HCl dan 8 – 10 g NaCl.
- Hubungkan Erlenmeyer dengan peralatan distilasi dan tempatkan gelas piala penampung yang berisi 200 ml. air (lihat gambar peralatan).
- Panaskan isi Erlenmeyer sampai mendidih dan lanjutkan sampai suhu uap dalam Erlenmeyer 105 °C.
- Buka tutup Erlenmeyer dan angkat dari pemanas.
- Cuci dinding gelas piala penampung dan didihkan distilat pelan-pelan sampai 10 menit.
- Titrasi pada 80 – 90 °C dengan larutan $KBrO_3$ 0,05 N menggunakan indikator metil jingga sampai titik akhir.

Blangko

Dikerjakan dengan prosedur dan jumlah pereaksi yang sama.

3.13.5. Perhitungan

$$\text{Kadar Arsen (As)} = \frac{(A - B)\, C \times 0{,}0375}{D} \times 100\ \%$$

Dimana :

A = volume larutan $KBrO_3$ yang dibutuhkan untuk titrasi contoh, ml.

B = volume larutan $KBrO_3$ yang dibutuhkan untuk titrasi blangko, ml.

C = normalitas larutan $KBrO_3$.

D = berat contoh yang digunakan, gram.

3.14. Kadar Belerang Dengan Metoda Pembakaran Langsung.

3.14.1. Prinsip

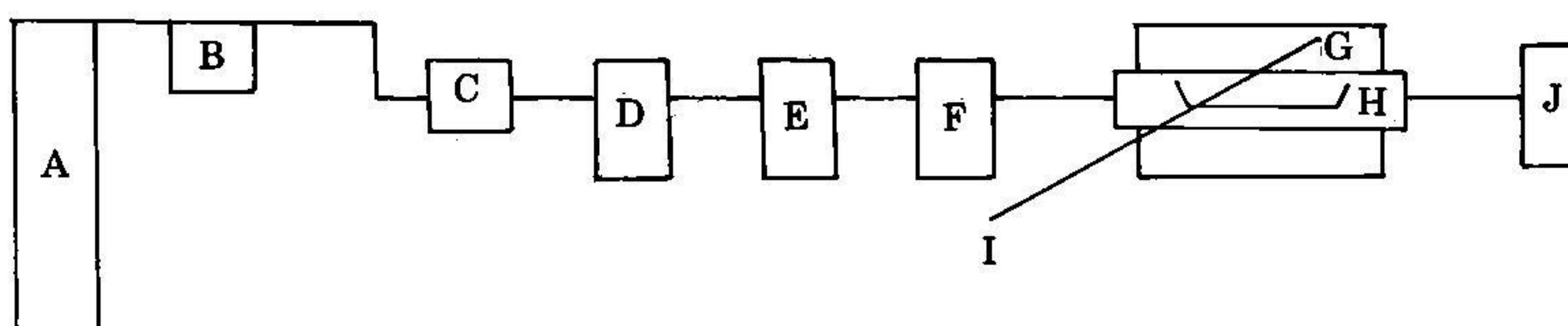
Belerang dioksidasi menjadi belerang dioksida, kemudian dititrasi dengan larutan kalium iodat.

3.14.2. B a h a n

- Larutan amilum iodida (10 g per l) :
  1 g amilum ditambah 5 ml. air dan diaduk sampai bentuk pasta.
  Tambahkan 100 ml. air mendidih kemudian dinginkan.
  Tambahkan 5 g KI dan aduk sampai KI larut.
- Larutan standar kalium iodat, KIO_3 (0,01 N) :
  Keringkan sejumlah kristal KIO_3 p.a. pada 180 °C sampai berat tetap.
  Larutkan 0,3567 g KIO_3 tersebut dalam 200 ml. air yang mengandung 1 g NaOH fan 10 g KI.
  Kemudian encerkan dengan air sampai 1 liter dalam labu ukur.
  (1 ml. larutan KIO_3 0,01 N ekuivalen dengan 0,00016 g belerang).
- Asam hidrogen klorida, HCl (3 : 197).

3.14.3. Peralatan

- Timbangan analitis.
- Gelas arloji.
- Pipet ukur : 10 ml, 50 ml.
- Labu ukur : 1 liter.
- Gelas piala : 250 ml, 400 ml.
- Buret 25 ml.
- Erlenmeyer 300 ml.

Skema peralatan yang digunakan adalah sebagai berikut :

A = Tangkai oksigen.
B = Pengatur tekanan.
C = Keran pemutus dan penyambung aliran.
D = Bejana berisi H_2SO_4 pekat.
E = Bejana berisi penyerap CO_2 dan Mg (ClO_4) anhidrous
F = Flow meter.
G = Dapur pemanas (Furnace type induksi).
H = Tabung pembakaran.
I = Sekoci.
J = Peralatan absorpsi dan titrasi.

3.14.4. Prosedur.

- Atur suhu dapur pemanas (G) pada 1150 °C.
- Tambahkan 65 – 70 ml. HCl (3 : 197) ke bejana absorpsi (J) untuk menutup tabung outlet penyerap SO_2 (2,54 – 5,08 cm).
  Kemudian tambahkan 2 ml. larutan amilum iodida pada tabung penyerap SO_2.
- Alirkan oksigen dari tangki oksigen (A) ke sistem dan tambahkan larutan KIO_3 0,01 N sampai terbentuk warna biru.
- Catat pembacaan awal pada buret,
- Tutup aliran oksigen.
- Masukkan 0,5 – 1 g contoh ke dalam sekoci (I) yang sebelumnya sudah dipanaskan pada suhu 1150 °C, dan ratakan sepanjang sekoci.

- Tempatkan sekoci pada tabung pembakaran (H) dan panaskan pelan-pelan.
- Pijarkan contoh pada 1150 °C, dengan aliran oksigen ke tabung pembakaran pada kecepatan aliran sekitar 500 ml. per menit.
- Titrasi perlahan-lahan dan terus menerus dengan larutan KIO_3 0,01 N sampai terbentuk warna biru. Hati-hati titrasi pada waktu mendekati akhir waktu pembakaran (8 – 10 menit).
- Titik akhir tercapai bila warna biru hilang dengan aliran oksigen.
- Catat pembacaan pada buret.

Blangko :

Dikerjakan dengan prosedur dan jumlah pereaksi yang sama.

3.14.5. Perhitungan :

$$\text{Kadar Belerang (S)} = \frac{(A - B) \times 0{,}00016}{C} \times 100\ \%$$

Dimana :

A = volume larutan KIO_3 yang dibutuhkan untuk titrasi contoh, ml.

B = volume larutan KIO_3 yang dibutuhkan untuk titrasi blangko, ml.

C = berat contoh yang digunakan, gram.